

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPÉRATION  
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle  
Bureau international(43) Date de la publication internationale  
24 décembre 2003 (24.12.2003)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
**WO 03/106731 A1**(51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup> :  
C23C 14/24, C30B 23/02(21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/FR03/01868

(22) Date de dépôt international : 18 juin 2003 (18.06.2003)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :  
02/07501 18 juin 2002 (18.06.2002) FR(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : **RIBER**  
[FR/FR]; 133, boulevard National, F-92500 Rueil Malmaison (FR).

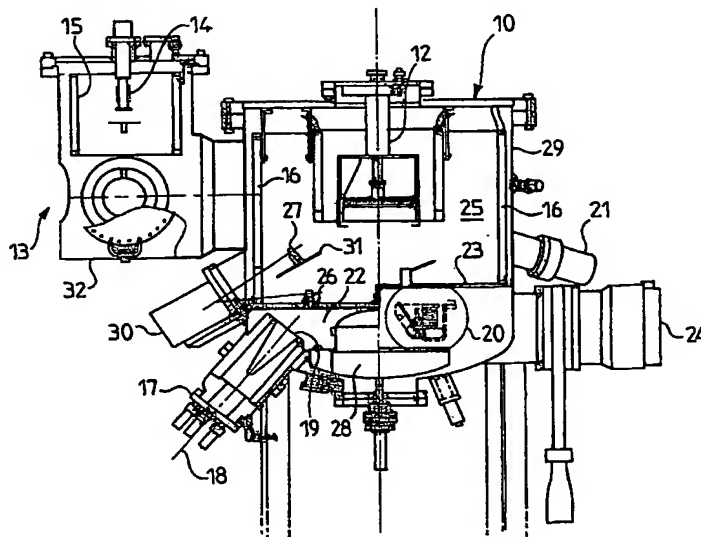
(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **CHAIX**,  
Catherine [FR/FR]; 92, Elysée 2, F-78170 La Celle-Saint-Cloud (FR). **JARRY, Alain** [FR/FR]; 1, rue Léon Robert,  
F-78480 Verneuil sur Seine (FR). **NUTTE, Pierre-André**  
[FR/FR]; 30, rue des Dames, F-75017 Paris (FR). **LOC-**  
**QUET, Jean-Pierre** [BE/CH]; Toedistrasse 5, CH-8810  
Horgen (CH). **FOMPEYRINE, Jean** [CH/CH]; Im Un-  
teren Baumgarten 29, CH-8820 Waedenswil (CH). **SIEG-**  
**WART, Heinz** [CH/CH]; In de Ey 39, CH-8047 Zürich  
(CH).(74) Mandataires : **MICHELET, Alain** etc.; Cabinet Harle &  
Phelip, 7, rue de Madrid, F-75008 Paris (FR).(81) États désignés (national) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ,  
BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ,  
DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,  
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,  
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,  
MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG,  
SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC,  
VN, YU, ZA, ZM, ZW.

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: MATERIAL EVAPORATION CHAMBER WITH DIFFERENTIAL VACUUM PUMPING

(54) Titre : CHAMBRE D'EVAPORATION DE MATERIAUX SOUS VIDE A POMPAGE DIFFERENTIEL



(57) Abstract: The invention relates to a material evaporation chamber, comprising a vacuum chamber (10) and a first pumping unit (13) for pumping said chamber and material sources. According to the invention, a wall (23), which can provide a total or partial vacuum seal, divides said chamber into a first volume (25) and a second volume (22). Certain material sources (17) with a principal axis (18) are placed in the second volume (22). Said second volume (22) is pumped by a second pumping unit (24). The wall (23) comprises apertures (26) which are each centered on the principal axis (18) of one of the material sources (17). The evaporation chamber further comprises means (27) for blocking or opening each of said apertures (26), said means (27) being controlled individually to protect the material sources (17) having an unused principal axis (18).

[Suite sur la page suivante]



(84) États désignés (régional) : brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Publiée :**

— avec rapport de recherche internationale

— avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues

*En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.*

(57) **Abrégé :** L'invention concerne une chambre d'évaporation de matériaux comprenant une chambre à vide (10), une première unité de pompage (13) pour pomper ladite chambre et des sources de matériau. Selon l'invention, une paroi (23) pouvant assurer une étanchéité totale ou partielle au vide, délimite au sein de cette chambre un premier volume (25) et un deuxième volume (22). Certaines sources de matériau (17) ayant un axe principal (18) sont placées dans le deuxième volume (22). Ce deuxième volume (22) est pompé par une deuxième unité de pompage (24). La paroi (23) comporte des évidements (26) qui sont chacun centrés sur l'axe principal (18) d'une des sources de matériau (17). La chambre d'évaporation comprend également des moyens (27) pour obturer ou dégager chacun desdits évidements (26), lesdits moyens (27) étant contrôlés individuellement pour protéger les sources de matériau (17) ayant un axe principal (18) non utilisées.

### Chambre d'évaporation de matériaux sous vide à pompage différentiel

La présente invention concerne une chambre d'évaporation de matériaux sous vide.

5 L'état de propreté d'une surface ou de pureté d'un film déposé sont primordiales dans des domaines techniques tels que les nanotechnologies, la chimie catalytique, les biotechnologies.

Dans les nanotechnologies, par exemple, dont le champ d'application porte sur des objets de l'ordre de quelques nanomètres à  
10 quelques micromètres, la compréhension de phénomènes tels que la croissance de films, les réactions photoinduites dans lesdits films ne peut se faire que si les films et, les substrats sur lesquels ils sont formés, sont vierges de toute contamination.

Dans le domaine des semi-conducteurs, la croissance de films  
15 présentant peu d'impuretés, et donc peu de dopants non intentionnels, est également essentielle. Le dépôt de matériaux purs en quantité connue sur des surfaces semi-conductrices est, en effet, particulièrement important pour la réalisation de jonctions métal-semi-conducteurs et hétérostructures semi-conductrices. Les premières se  
20 retrouvent dans tous les contacts métalliques des dispositifs semi-conducteurs, par exemple, les contacts ohmiques de détecteur électronique. Les secondes sont importantes pour les dispositifs optoélectroniques.

Enfin, les hétérostructures métalliques connaissent également un  
25 intérêt marqué de part leurs applications possibles dans des domaines tels que le magnétisme.

Une des techniques courantes pour préparer de telles structures sous ultravide est l'Épitaxie par Jet Moléculaire ("MBE"-Molecular Beam Epitaxy). Avec cette technique, des couches épitaxiales sont obtenues  
30 par le transport du matériau, contenant les éléments constitutifs de la couche à former, jusqu'à un substrat, métallique ou semi-conducteur, où il s'adsorbe. L'Épitaxie par Jet Moléculaire permet d'obtenir, en particulier pour les semi-conducteurs, une croissance de couches contrôlées en dopage et dont la composition chimique peut être variée  
35 en profondeur sur l'espace de quelques angströms.

Une chambre d'évaporation comprend donc plusieurs sources de matériau 1 (Figure 1). Ces sources 1 sont utilisées alternativement en fonction de l'empilement de couches à former. Diverses sources de matériau 1 peuvent être envisagées, la plus courante étant l'évaporation à partir d'une cellule comportant un creuset chauffé par effet Joule. D'autres possibilités comprennent l'utilisation d'une source de plasma dont le gaz est, par exemple, de l'oxygène (O<sub>2</sub>), de l'hydrogène (H<sub>2</sub>), de l'azote (N<sub>2</sub>) ou autres, ou des injecteurs à gaz ou encore des canons à évaporation par bombardement électronique. Lorsque ces sources 1 sont des cellules, leurs creusets ont généralement une forme cylindrique ou conique ou autre, ouverte à une extrémité 2 et sont montés de telle sorte que ladite ouverture 2 est placée en regard du substrat 3 sur lequel le dépôt de matériau doit être opéré.

Comme décrit précédemment, un des impératifs de ces systèmes de déposition est la faible contamination des films formés. Outre le dépôt de matériau dans une chambre 4 sous vide et de préférence sous ultra-vide, i.e. à une pression inférieure à 10<sup>-9</sup> Torr, les sources de matériau 1 ne doivent pas, elles-mêmes, être une source éventuelle de contamination. Elles sont donc l'objet d'un dégazage poussé.

Cependant, la présence de plusieurs sources 1 dans la chambre d'évaporation est à l'origine d'un autre type de contamination : une contamination croisée des sources de matériau 1. Cette contamination peut, en partie, être celle des sources solides par les gaz en présence (ionisé ou non). Lorsque l'une de ces sources 1 est utilisée par la suite, non seulement les éléments dudit creuset sont évaporés en direction du substrat 3 mais éventuellement aussi des éléments contaminants adsorbés ou ayant réagi avec ladite source. La couche ainsi déposée sur le substrat 3 contient alors des impuretés non intentionnelles qui peuvent influencer en cas de matériau semi-conducteur non seulement sur son dopage mais également sur les propriétés du matériau. La présence de panneaux réservoirs 5 à circulation d'azote liquide placés au voisinage de ces sources 1 pour condenser les gaz et de caches individuels 6 placés devant les sources 1 non utilisées ne constitue pas une solution totalement satisfaisante pour éviter cette contamination croisée.

L'objectif de la présente invention est de proposer une chambre d'évaporation de matériaux sous vide, simple dans sa conception et dans son mode opératoire, comprenant des sources d'évaporation de matériau pour la croissance de couches sur un substrat qui soient protégées de tout type de contamination.

A cet effet, l'invention concerne une chambre d'évaporation de matériaux comprenant une chambre à vide, une première unité de pompage pour pomper ladite chambre et des sources de matériau.

Selon l'invention,

- 10 • une paroi pouvant assurer une étanchéité totale ou partielle au vide, délimite au sein de la chambre à vide un premier volume pompé par ladite première unité de pompage et un deuxième volume pompé par une deuxième unité de pompage,
- 15 • certaines desdites sources de matériau ayant un axe principal sont placées dans le deuxième volume et d'autres sources sont placées dans le premier volume,
- ladite paroi comporte des évidements, chaque évidement étant centré sur l'axe principal d'une des sources de matériau ayant un axe principal,

20 et

- la chambre comprend des moyens pour obturer ou dégager chacun desdits évidements, lesdits moyens étant contrôlés individuellement pour protéger les sources de matériau ayant un axe principal non utilisées.

25 La présente invention concerne également les caractéristiques qui ressortiront au cours de la description qui va suivre et qui devront être considérées isolément ou selon toutes leurs combinaisons techniquement possibles :

- 30 - les moyens pour obturer ou dégager lesdits évidements comprennent des caches,
- lors d'une croissance, le débit, à travers les évidements dégagés, des éléments constitutifs des matériaux venant du premier volume est pompé par la deuxième unité de pompage.

On entend par "croissance", le développement progressif de couches sur l'échantillon par l'adsorption des éléments constitutifs des

- matériaux évaporés par les sources placées dans la chambre d'évaporation. On distingue la croissance en coévaporation dans laquelle au moins une des sources de matériau placées dans le premier volume et au moins une des sources placées dans le deuxième volume
- 5 sont mises en oeuvre simultanément et la croissance séquentielle où une seule des sources placées dans la chambre d'évaporation est en fonctionnement à la fois. Dans ce dernier cas, lors de l'opération d'une des sources placées dans le premier volume, les moyens pour obturer ou dégager chacun desdits évidements sont en position d'obturation.
- 10 - la paroi pouvant assurer une étanchéité totale ou partielle au vide comprend une plaque,
- la première unité de pompage comprend une pompe primaire et une pompe secondaire,
- la deuxième unité de pompage comprend une pompe
- 15 secondaire,
- le premier volume et le deuxième volume comprennent au moins un panneau réservoir à azote liquide,
- le deuxième volume délimité par la paroi est à une pression inférieure à  $10^{-7}$  Torr.
- 20 - la chambre d'évaporation comprend des moyens de contrôle de la pression pour mesurer indépendamment la pression dans le premier volume et le deuxième volume,
- les sources de matériau ayant un axe principal placées dans le deuxième volume comprennent des cellules à creusets chauffés par
- 25 effet Joule,
- les sources de matériau ayant un axe principal placées dans le deuxième volume comprennent des canons à évaporation par bombardement électronique,
- les sources placées dans le premier volume comprennent au
- 30 moins une source de plasma,
- les sources placées dans le premier volume comprennent au moins un injecteur à gaz.

L'invention sera décrite plus en détail en référence aux dessins annexés dans lesquels :

- la figure 1 est une représentation schématique d'une chambre d'évaporation de l'art antérieur,

- la figure 2 est une représentation schématique d'une chambre d'évaporation de matériaux, selon un mode de réalisation de l'invention;

5       - la figure 3 est une vue de dessus d'une paroi pouvant assurer une étanchéité totale ou partielle au vide, selon un mode de réalisation de l'invention;

10       La chambre d'évaporation de matériaux, selon l'invention, comprend une chambre à vide 10 comportant un échantillon 11 pouvant être monté sur un manipulateur 12. Cette chambre a pour objectif premier la croissance de couches par évaporation de matériaux purs et en quantité connue sur cet échantillon 11. Il s'agit de tout type de matériau pouvant être usuellement évaporé sous vide (Aluminium (Al),  
15   Calcium (Ca), Indium (In), Lanthane (La), Lithium (Li), Gallium (Ga), Strontium (Sr), Titane (Ti), Yttrium (Y), Zirconium (Zr), ...). Ladite chambre 10 comporte de préférence des brides ou piquages de transfert permettant de relier celle-ci à d'autres chambres pour constituer un ensemble unique sous vide pour le traitement et la préparation d'un  
20   échantillon 11, voire l'analyse et la modification dudit échantillon 11 formé. Le transport dudit échantillon 11 d'une chambre à une autre est alors réalisé par des bras manipulateurs.

25       La chambre d'évaporation est pompée par une première unité de pompage 13. Cette première unité de pompage 13 comprend préférentiellement une pompe primaire et une pompe secondaire, par exemple, une pompe cryogénique ou une pompe turbomoléculaire, ou autre. En outre, ladite unité de pompage 13 peut comprendre un sublimateur de Titane 14 et un panneau cryogénique 15. La chambre 10 peut comprendre un panneau cryogénique général 16 permettant de  
30   maintenir la pureté des couches. La chambre comprend également des moyens de contrôle de la pression au sein de celle-ci. Ces moyens de contrôle comprennent, par exemple, des jauges dites BAYARD-ALPERT reliées à un dispositif externe de contrôle de la pression.

35       La chambre d'évaporation comprend des sources de matériau. Diverses sources de matériau peuvent être envisagées, la plus courante

étant l'évaporation à partir d'une source 17 du type Knudsen. Il s'agit alors d'un creuset chauffé par effet Joule. Le creuset qui peut être réalisé en nitrure de Bore ou en graphite de haute pureté, par exemple, présente une forme cylindrique ou conique ou autre, ayant un axe principal 18. L'une des extrémités 19 dudit creuset est ouverte et placée en vis-à-vis du manipulateur 12. Cet effet Joule peut être obtenu par l'utilisation d'un élément résistant par exemple, un filament. Le filament est avantageusement réalisé en Tantale (Ta) mais peut également être réalisé en d'autres matériaux réfractaires (Molybdène (Mo), Tungstène (W), ....). Dans un autre mode de réalisation, l'évaporation est générée par le bombardement électronique d'un matériau source dans un canon d'évaporation 20.

La chambre d'évaporation comprend aussi d'autres sources de matériau 21 telles que des sources de plasma ou des injecteurs à gaz dont le produit est susceptible de réagir avec les matériaux des sources 17 ayant un axe principal 18. Cet axe principal 18 définit également un axe principal d'évaporation. Le gaz support du plasma ou le gaz de l'injecteur est alors choisi parmi l'oxygène ( $O_2$ ), l'azote ( $N_2$ ), l'hydrogène ( $H_2$ ), ... De préférence, l'échantillon 11 est également contrôlé en température, i.e. sa température peut être variée selon les éléments à déposer sur la surface dudit échantillon 11.

Selon l'invention, les sources de matériau 17 ayant un axe principal 18 sont placées dans un volume délimité 22 au sein de ladite chambre par une paroi 23. Cette paroi 23 peut assurer une étanchéité totale ou partielle au vide et le volume délimité 22 par la paroi 23 est pompé par une deuxième unité de pompage 24. Cette paroi 23 est dans un mode de réalisation réalisé en métal (Tantale, Molybdène, inox, ...). On distinguera donc un premier volume 25 contenant les sources 21 telles que sources à plasma ou injecteurs à gaz, ledit volume étant pompé par la première unité de pompage 13, et un deuxième volume 22 comprenant les sources de matériaux 17 ayant un axe principal 18 telles que des cellules à creuset, et des canons d'évaporation 20 par bombardement électronique.

Ladite paroi 23 comporte des évidements 26, chaque évidement 26 étant centré sur l'axe principal 18 d'une des sources de matériau 17



ayant un axe principal 18 placées dans le deuxième volume 22. Lorsque la source de matériau 17 correspondante à un évidement 26 est en fonctionnement, le jet moléculaire émis par cette source traverse dans son transport vers l'échantillon 11 ledit évidement 26. Afin de maintenir un vide poussé dans le deuxième volume 22 délimité par la paroi 23, i.e. une pression inférieure à  $10^{-7}$  Torr et préférentiellement à  $10^{-9}$  Torr, la chambre 10 comprend des moyens 27 pour obturer chacun desdits évidements 26. Ces moyens 27 sont contrôlés individuellement pour dégager l'évidement 26 d'une source de matériau 17 sélectionnée. Ces moyens 27 pour obturer chacun desdits évidements 26 sont dans un mode de réalisation des caches, par exemple, à basculement ou linéaires, ou autres. Ces moyens 27 permettent de protéger les sources de matériaux 17 d'éventuelles contaminations. Ces contaminations peuvent résulter, par exemple, de l'opération d'une des sources 21 (injecteur à gaz, source de plasma, ...) placées dans le premier volume 25. Avantageusement, la pression partielle  $p_1$  mesurée dans le premier volume 25 lors d'un dépôt n'affecte sensiblement pas la pression  $p_2$  mesurée dans le deuxième volume 22 pompé par la deuxième unité de pompage. En d'autres termes, lors d'une croissance, le débit des éléments constituant le plasma, par exemple, à travers les évidements 26 ouverts est inférieur à la vitesse de pompage  $S$  de la deuxième unité 24 de pompage et est donc pompé par celle-ci. Cependant, même si ledit débit est supérieur à la vitesse de pompage, le principe de pompage différentiel permet quand même la protection des sources de matériaux 17. En effet, la quantité des éléments constituant le plasma qui aura pénétré dans la partie basse de la chambre sera pompée par la deuxième unité de pompage 24, une fois les évidements 26 de la paroi 23 obturés par les caches 27 fermés. Le temps de présence des éléments constituant le plasma à proximité des sources de matériaux 17 ne sera donc que limité. La deuxième unité de pompage 24 comprend au moins une pompe secondaire telle qu'une pompe cryogénique, une pompe turbomoléculaire ou autre. Le deuxième volume 22 délimité par la paroi 23 peut aussi comporter au moins un panneau réservoir 28 à circulation d'Azote liquide. Ces surfaces de condensation supplémentaires permettent de limiter la présence

d'impuretés dans le jet moléculaire et dans le deuxième volume 22. De préférence, la pression dans le deuxième volume 22 délimité par la paroi 23 est mesurée par des moyens de contrôle de la pression du type jauge dite BAYARD-ALPERT.

5 La figure 2 montre un mode de réalisation de l'invention. Le volume de la chambre d'évaporation est divisée en un premier volume 25 et un deuxième volume 22 par une paroi 23. Cette paroi 23 est une plaque en molybdène qui est fixée sur les murs latéraux 29 de l'enceinte 10 de façon à assurer une étanchéité totale ou partielle au vide. Elle est  
10 dans ce cas soudée ou fixée aux dits murs 29. Cette plaque 23 comporte des évidements 26 dont un seul est schématisé sur la figure 2 par simplification. Cet évidement 26 est centré sur l'axe principal 18 d'une source de matériau 17 placée dans le deuxième volume 22 délimité par la plaque 23, dans la partie basse de la chambre  
15 d'évaporation. Des moyens 27 permettent d'obturer et de dégager ledit évidement 26. Ces moyens 27 comprennent un cache à basculement activé par un dispositif externe de basculement 30. Chaque cache 27 est contrôlé individuellement. Lorsqu'un cache 27 est en position d'obturation, la lame 31 du cache est parallèle à la surface de la plaque  
20 23 autour de l'évidement 26 considéré de manière à assurer un contact parfait entre ladite surface et le cache 27. Cette étanchéité est également renforcée par la différence de pression qui existe entre le premier volume 25 et le deuxième volume 22 lors de l'opération d'une des sources 21 telles qu'une source de plasma ou un injecteur à gaz,  
25 placées dans le premier volume 25.

Le premier volume 25 de la chambre d'évaporation est pompé par une première unité de pompage 13 constituée d'un puit de pompage 32 comprenant un panneau cryogénique 15 offrant ainsi une surface de condensation, une ou plusieurs pompes secondaires cryogéniques  
30 servant à la fois pour la descente en vide de la chambre et pour le pompage des éléments en présence lors de la croissance de couches, un sublimateur de Titane 14 pour assurer la descente en vide. Le deuxième volume 22 délimité par la plaque 23 est pour sa part pompé par une pompe turbo-moléculaire 24 et un panneau réservoir 28 à  
35 circulation d'Azote liquide pour le pompage des espèces en présence

lors de la croissance de couches et lors de l'ouverture du cache 27 de la source sélectionnée correspondante.

- La figure 3 montre une vue de dessus de la plaque 23 décrite dans le mode de réalisation précédent et correspondant à la figure 2. Cette
- 5 plaque 23 comporte des évidements 26 qui ont une forme elliptique. Cette forme elliptique résulte de la prise en considération de la forme tubulaire des sources de matériau 17 et de l'inclinaison de leur axe principal 18 par rapport à la plaque 23. Le double trait 33 schématise le décrochement de la plaque 23 en son milieu, apparent sur la figure 2.
- 10 Les sources de matériau 17 ayant un axe principal 18 placées dans le deuxième volume 22 délimité par la paroi 23 et les sources 21 telles qu'une source de plasma ou injecteur à gaz placées dans le premier volume 25 sont utilisées dans cette chambre d'évaporation pour obtenir la croissance de couches d'oxyde, de nitrure ou de semi-conducteurs.

### REVENDICATIONS

1. Chambre d'évaporation de matériaux comprenant une chambre à vide (10), une première unité de pompage (13) pour pomper ladite chambre et des sources de matériau, caractérisée en ce que :
- 5           - une paroi (23) pouvant assurer une étanchéité totale ou partielle au vide, délimite au sein de la chambre à vide (10) un premier volume (25) pompé par ladite première unité de pompage (13) et un deuxième volume (22) pompé par une deuxième unité de pompage (24),
- 10           - certaines desdites sources de matériau (17) ayant un axe principal (18) sont placées dans le deuxième volume (22) et d'autres sources (21) sont placées dans le premier volume (25),
- ladite paroi (23) comporte des évidements (26), chaque évidement (26) étant centré sur l'axe principal (18) d'une des sources de matériau (17) ayant un axe principal (18),
- 15           et en ce que,
- la chambre comprend des moyens (27) pour obturer ou dégager chacun desdits évidements (26), lesdits moyens (27) étant contrôlés individuellement pour protéger les sources de matériau (17) ayant un axe principal d'évaporation (18) non utilisées.
- 20           2. Chambre d'évaporation selon la revendication 1, caractérisée en ce que les moyens (27) pour obturer ou dégager lesdits évidements (26) comprennent des caches.
3. Chambre d'évaporation selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que lors d'une croissance, le débit, à travers les
- 25           évidements (26) dégagés, des éléments constitutifs des matériaux venant du premier volume (25) est pompé par la deuxième unité de pompage (24).
4. Chambre d'évaporation selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que la paroi (23) pouvant
- 30           assurer une étanchéité totale ou partielle au vide comprend une plaque.
5. Chambre d'évaporation selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que la première unité de pompage (13) comprend une pompe primaire et une pompe secondaire.

6. Chambre d'évaporation selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que la deuxième unité de pompage (24) comprend une pompe secondaire.

5 7. Chambre d'évaporation selon les revendications 5 et 6, caractérisée en ce que le premier volume (25) et le deuxième volume (22) comprennent au moins un panneau réservoir (16, 28) à azote liquide.

10 8. Chambre d'évaporation selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que le deuxième volume (22) délimité par la paroi (23) est à une pression inférieure à  $10^{-7}$  Torr.

15 9. Chambre d'évaporation selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce que la chambre d'évaporation comprend des moyens de contrôle (16) de la pression pour mesurer indépendamment la pression dans le premier volume (25) et le deuxième volume (22).

20 10. Chambre d'évaporation selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisée en ce que les sources de matériau (17) ayant un axe principal (18) placées dans le deuxième volume (22) comprennent des cellules à creusets chauffés par effet Joule.

25 11. Chambre d'évaporation selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisée en ce que les sources de matériau (17) ayant un axe principal (18) placées dans le deuxième volume (22) comprennent des canons à évaporation (20) par bombardement électronique.

30 12. Chambre d'évaporation selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisée en ce que les sources (21) placées dans le premier volume (25) comprennent au moins une source de plasma.

35 13. Chambre d'évaporation selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisée en ce que les sources (21) placées dans le premier volume (25) comprennent au moins un injecteur à gaz.

1/3

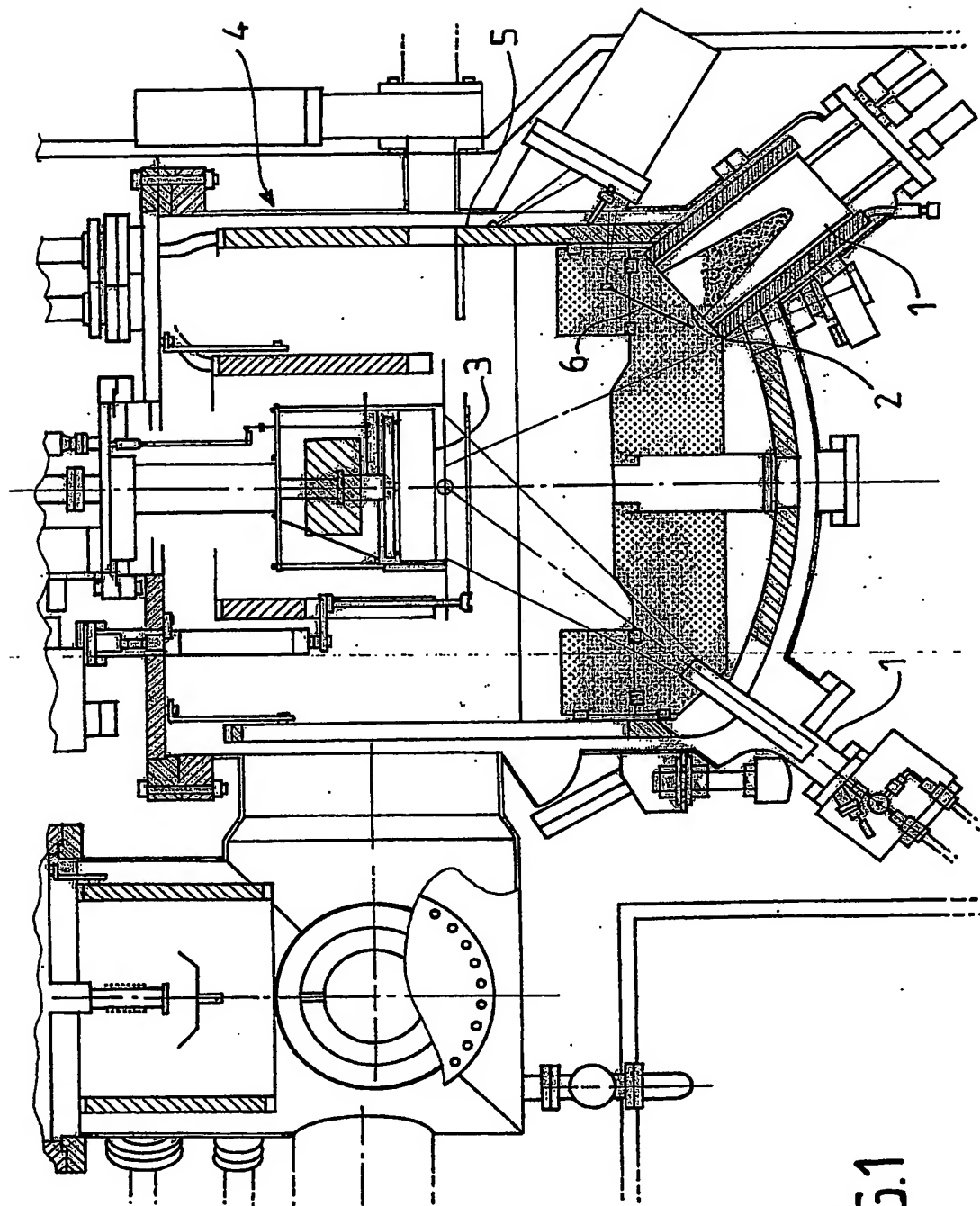


FIG. 1

2/3

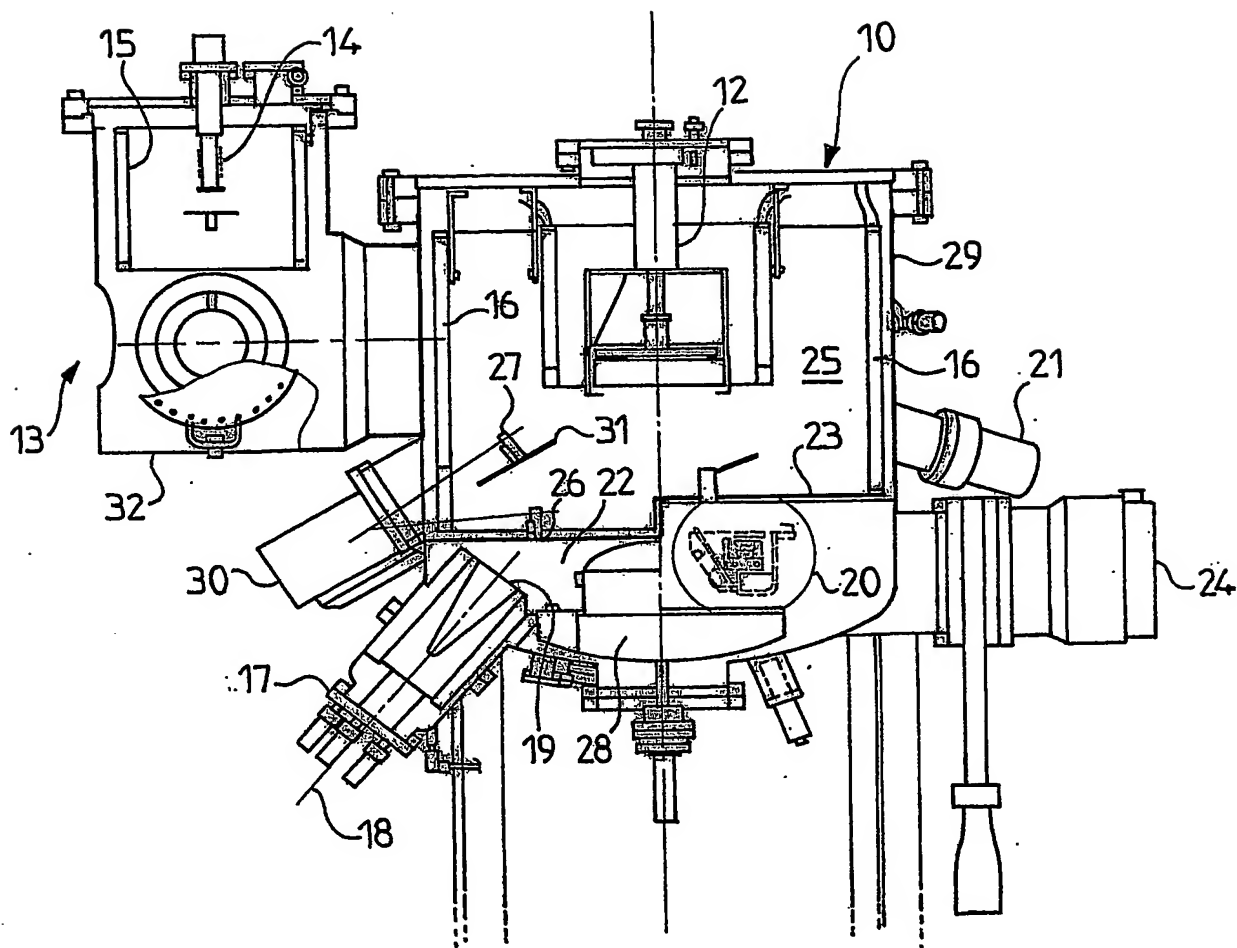


FIG. 2

3/3

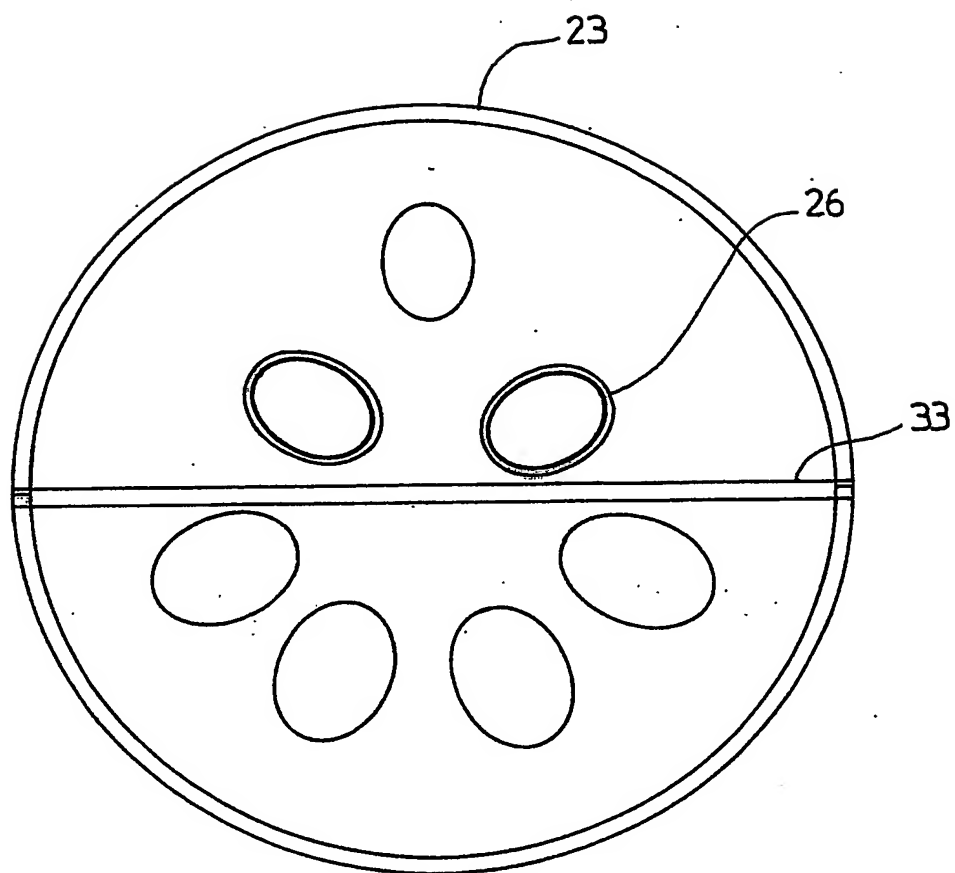


FIG. 3



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/03/01868

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
 IPC 7 C23C14/24 C30B23/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C23C C30B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5 556 472 A (NAKAMURA TAKAO ET AL) 17 September 1996 (1996-09-17)	1-8, 12, 13
Y	figure 2 column 10, line 40-67 column 12, line 1-52 claim 1	9-11
Y	WO 01 55472 A (OXTEL OXIDE ELECTRONICS TECHNO) 2 August 2001 (2001-08-02) claim 3; figure 1	9
Y	US 5 951 767 A (COLOMBO PAUL E) 14 September 1999 (1999-09-14) column 1, line 46-55	10
Y	EP 0 276 914 A (AMERICAN TELEPHONE & TELEGRAPH) 3 August 1988 (1988-08-03) figure 1	11
	--- -/-	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents:

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- \*G\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

31 October 2003

Date of mailing of the international search report

10/11/2003

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
 NL - 2280 HV Rijswijk  
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Castagné, C

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/JP93/01868

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 655 514 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES) 31 May 1995 (1995-05-31) figure 1 ---	1-13
A	EP 0 302 506 A (HITACHI LTD) 8 February 1989 (1989-02-08) figure 5 -----	1-13

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/JP93/01868

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5556472	A	17-09-1996	JP 6009297 A CA 2084964 A1 EP 0546946 A2	18-01-1994 10-06-1993 16-06-1993
WO 0155472	A	02-08-2001	WO 0155472 A2 US 2001036214 A1	02-08-2001 01-11-2001
US 5951767	A	14-09-1999	US 5788776 A	04-08-1998
EP 0276914	A	03-08-1988	EP 0276914 A2 JP 1805207 C JP 5015673 B JP 63195191 A	03-08-1988 26-11-1993 02-03-1993 12-08-1988
EP 0655514	A	31-05-1995	JP 7133192 A CA 2135125 A1 DE 69416494 D1 DE 69416494 T2 EP 0655514 A1 US 5423914 A US 5674813 A	23-05-1995 05-05-1996 25-03-1999 16-09-1999 31-05-1995 13-06-1995 07-10-1997
EP 0302506	A	08-02-1989	JP 1096015 A JP 2539458 B2 DE 3852979 D1 DE 3852979 T2 EP 0302506 A2 JP 1133971 A KR 9107382 B1 US 4950642 A US 5316585 A	14-04-1989 02-10-1996 23-03-1995 24-05-1995 08-02-1989 26-05-1989 25-09-1991 21-08-1990 31-05-1994

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE  
CIB 7 C23C14/24 C30B23/02

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 C23C C30B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 5 556 472 A (NAKAMURA TAKAO ET AL) 17 septembre 1996 (1996-09-17)	1-8, 12, 13
Y	figure 2 colonne 10, ligne 40-67 colonne 12, ligne 1-52 revendication 1 ---	9-11
Y	WO 01 55472 A (OXXEL OXIDE ELECTRONICS TECHNO) 2 août 2001 (2001-08-02) revendication 3; figure 1 ---	9
Y	US 5 951 767 A (COLOMBO PAUL E) 14 septembre 1999 (1999-09-14) colonne 1, ligne 46-55 ---	10
Y	EP 0 276 914 A (AMERICAN TELEPHONE & TELEGRAPH) 3 août 1988 (1988-08-03) figure 1 ---	11
	--- -/--	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

\* Catégories spéciales de documents cités:

- \*A\* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- \*E\* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- \*L\* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- \*O\* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- \*P\* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- \*T\* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- \*X\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- \*Y\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- \*G\* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

31 octobre 2003

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

10/11/2003

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Castagné, C

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP 0 655 514 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES) 31 mai 1995 (1995-05-31) figure 1	1-13
A	EP 0 302 506 A (HITACHI LTD) 8 février 1989 (1989-02-08) figure 5	1-13

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5556472	A	17-09-1996	JP 6009297 A CA 2084964 A1 EP 0546946 A2	18-01-1994 10-06-1993 16-06-1993
WO 0155472	A	02-08-2001	WO 0155472 A2 US 2001036214 A1	02-08-2001 01-11-2001
US 5951767	A	14-09-1999	US 5788776 A	04-08-1998
EP 0276914	A	03-08-1988	EP 0276914 A2 JP 1805207 C JP 5015673 B JP 63195191 A	03-08-1988 26-11-1993 02-03-1993 12-08-1988
EP 0655514	A	31-05-1995	JP 7133192 A CA 2135125 A1 DE 69416494 D1 DE 69416494 T2 EP 0655514 A1 US 5423914 A US 5674813 A	23-05-1995 05-05-1996 25-03-1999 16-09-1999 31-05-1995 13-06-1995 07-10-1997
EP 0302506	A	08-02-1989	JP 1096015 A JP 2539458 B2 DE 3852979 D1 DE 3852979 T2 EP 0302506 A2 JP 1133971 A KR 9107382 B1 US 4950642 A US 5316585 A	14-04-1989 02-10-1996 23-03-1995 24-05-1995 08-02-1989 26-05-1989 25-09-1991 21-08-1990 31-05-1994